

DERWENT-ACC-NO: 2000-118812  
DERWENT-WEEK: 200011  
COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: New single crystal nickel superalloy, e.g. for aircraft turbine blades, has a specified composition providing low density, high creep resistance and good micro structural stability

INVENTOR: DE BUSSAC, A M H; HONNORAT, Y C L A ; LASALMONIE, A ; RAGOT, J L P

PATENT-ASSIGNEE: SNECMA SOC NAT ETUD & CONSTR MOTEURS AVI[SNEA]

PRIORITY-DATA: 1998FR-0008799 (July 9, 1998)

PATENT-FAMILY:

| PUB-NO        | PUB-DATE         | LANGUAGE |
|---------------|------------------|----------|
| PAGES         | MAIN-IPC         |          |
| FR 2780983 A1 | January 14, 2000 | N/A      |
| 013           | C22C 019/05      |          |

APPLICATION-DATA:

| PUB-NO       | APPL-DESCRIPTOR | APPL-NO        |
|--------------|-----------------|----------------|
| APPL-DATE    |                 |                |
| FR 2780983A1 | N/A             | 1998FR-0008799 |
| July 9, 1998 |                 |                |

INT-CL (IPC): C22C019/05

ABSTRACTED-PUB-NO: FR 2780983A

BASIC-ABSTRACT: NOVELTY - A low density single crystal nickel base superalloy, has specified content of chromium, molybdenum, tungsten, tantalum, titanium, niobium, aluminum, ruthenium, hafnium and rhenium.

DETAILED DESCRIPTION - A single crystal nickel base superalloy, having high creep resistance, good micro structural stability and a density of not more than 8.7, has the composition (by wt.) 4.5-6 % Cr, 0-10% Co, 1-3 % Mo, 4.5-7.5 % W, 3.5-7 % Ta, 0.5-2% Ti, 0-2 % Nb, 5-5.6 % Al, 0-3 % Ru, 0-0.2 % Hf, 0-0.2 %

Si, 2-3.5 % Re, 0-0.05 % Y, 0-10 ppm S and balance Ni, the sum of Al + Ti + Ta + Nb being 15-16 at. % and the sum of Mo + W + Re + Ru being 4.2-4.8 at. %.

USE - For aircraft applications e.g. high pressure turbine blades.

ADVANTAGE - The superalloy has high creep resistance, good micro structural stability, a low density of not more than 8.7 and increased strength at above 900 deg. C.

DESCRIPTION OF DRAWING(S) - The drawing shows 300 hr. creep test curves of stress at 1% elongation versus temperature for (AE3) a superalloy according to the invention, (A, B) super alloys according to EP 149942, (C) a superalloy CMSX4 according to EP 155827, (D) a superalloy R'N6 according to US 5455120 and (F) a superalloy CMSX10 according to WO 9400611.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.1/2

TITLE-TERMS:

NEW SINGLE CRYSTAL NICKEL SUPERALLOY AIRCRAFT TURBINE BLADE SPECIFIED  
COMPOSITION LOW DENSITY HIGH CREEP RESISTANCE MICRO  
STRUCTURE STABILISED

DERWENT-CLASS: M26

CPI-CODES: M26-B08; M26-B08A; M26-B08C; M26-B08M; M26-B08T;  
M26-B08X;

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C2000-036639

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

①1 N° de publication : **2 780 983**  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)  
②1 N° d'enregistrement national : **98 08799**

⑤1 Int Cl<sup>7</sup> : C 22 C 19/05

⑫ **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION**

**A1**

②2 Date de dépôt : 09.07.98.

③0 Priorité :

④3 Date de mise à la disposition du public de la  
demande : 14.01.00 Bulletin 00/02.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du  
présent fascicule*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : SOCIETE NATIONALE D'ETUDE ET  
DE CONSTRUCTION DE MOTEURS D'AVIATION  
SNECMA Société anonyme — FR.

⑦2 Inventeur(s) : DE BUSSAC ARNAUD MARIE  
HERVE, RAGOT JEAN LOUIS PIERRE, LASALMONIE  
ALAIN et HONNORAT YVES CHRISTIAN LOUIS  
ALAIN.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : SOCIETE NATIONALE D'ETUDE ET  
DE CONSTRUCTION DE MOTEURS D'AVIATION  
SNECMA

⑤4 **SUPERALLIAGE MONOCRISTALLIN A BASE DE NICKEL A RESISTANCE ACCRUE A HAUTE  
TEMPERATURE.**

⑤7 Superalliage monocristallin à matrice à base de nic-  
kel, de densité ne dépassant pas 8,7, de composition pon-  
dérale suivante : Cr 4,5 à 6 % - Co 0 à 10 % - Mo 1 à 3 % -  
W 4,5 à 7,5 % - Ta 3,5 à 7 % - Ti 0,5 à 2 % - Nb 0 à 0,2  
% - Al 5 à 5,6 % - Ru 0 à 3 % - Hf 0 à 0,7 % - Si 0 à 0,2 %  
- Re 2 à 3,5 % - Y 0 à 0,05 % - S 0 à 10 ppm et Ni complé-  
ment à 100. De plus, la somme atomique Al+Ti+Ta+Nb est  
comprise entre 15 et 16 % et la somme atomique  
Mo+W+Re+Ru est comprise entre 4,2 et 4,8 %.

Ce superalliage est particulièrement adapté à la coulée  
monocristalline d'aubes de turbine présentant une haute ré-  
sistance au fluage et il présente une bonne stabilité micros-  
structurale.

FR 2 780 983 - A1



## DESCRIPTION

SUPERALLIAGE MONOCRISTALLIN A BASE DE NICKEL A RESISTANCE  
ACCRUE A HAUTE TEMPERATURE

L'invention concerne des compositions de superalliages à base  
5 de nickel, utilisables en fonderie monocristalline, notamment  
pour des applications aéronautiques telles que des aubes de  
turbine à haute pression.

Ces applications imposent des conditions sévères  
10 d'utilisation, notamment à de hautes températures où des  
propriétés mécaniques à chaud sont demandées et dans le cas  
des aubes de turbine, une bonne résistance mécanique avec une  
tenue au fluage à hautes températures où une bonne stabilité  
du superalliage doit en outre être conservée.

15 De nombreuses familles de superalliages ont été mises au  
point en vue de répondre à ces besoins. Ainsi EP 0 149 942 A  
décrit un alliage monocristallin à haute résistance au fluage  
à matrice à base de nickel dont la composition en poids est  
20 définie par les teneurs Co 5 à 8% ; Cr 6,5 à 10% ; Mo 0,5 à  
2,5 % ; W 5 à 9% ; Ta 6 à 9 % ; Al 4,5 à 5,8% ; Ti 1 à 2% ;  
Nb 0 à 1,5% ; C, Zr, B chacun inférieur à 100ppm et Ni  
complément à 100 avec les conditions supplémentaires, la  
somme des pourcentages pondéraux de Ta + Mo + 1/2 W est  
25 comprise entre 11,3 % et 13,5 %, la somme des pourcentages  
atomiques de Ti + Al + Nb est comprise entre 15,54 % et 17 %,  
la somme des pourcentages atomiques Ta + Nb + Mo + 1/2 W est  
comprise entre 4 et 5,5 %, la somme des pourcentages  
atomiques Ti + Al + Ta + Nb + Mo + 1/2 W est comprise entre  
30 17,5 et 19% et la somme des pourcentages atomiques Ti + Al  
est comprise entre 12,8 et 14,5%.

D'autres mises au point ont abouti à des compositions de  
superalliage comportant des ajouts de rhénium. A titre  
35 d'exemple on citera notamment US 5 270 123, EP 0 434 996 A,  
US 4 878 965, EP 0 208 645 A et GB-A-2 235 697.

Par rapport aux solutions connues, le but de l'invention est de proposer une nouvelle famille de superalliages du type précité, de densité ne dépassant pas 8,7 présentant des caractéristiques d'utilisation avantageuses, particulièrement grâce à une amélioration de la résistance mécanique au-delà de 900°C tout en conservant une bonne stabilité du superalliage à haute température.

Ce but est atteint conformément à l'invention par des superalliages présentant la composition suivante, en pourcentages pondéraux :

|    |    |            |
|----|----|------------|
|    | Cr | 4,5 à 6%   |
|    | Co | 0 à 10%    |
|    | Mo | 1 à 3%     |
| 15 | W  | 4,5 à 7,5% |
|    | Ta | 3,5 à 7%   |
|    | Ti | 0,5 à 2%   |
|    | Nb | 0 à 2%     |
|    | Al | 5 à 5,6%   |
| 20 | Ru | 0 à 3%     |
|    | Hf | 0 à 0,2%   |
|    | Si | 0 à 0,2%   |
|    | Re | 2 à 3,5%   |
|    | Y  | 0 à 0,05%  |
| 25 | S  | 0 à 10ppm  |

avec par ailleurs la somme des pourcentages atomiques Al+Ti+Ta+Nb comprise entre 15 et 16% et la somme des pourcentages atomiques Mo+W+Re+Ru comprise entre 4,2 et 4,8%

30

L'invention sera mieux comprise et les avantages précisés à l'aide de la description qui va suivre de la justification des principaux choix de composition et des exemples de réalisation, en référence aux figures annexées sur

35 lesquelles :

- la figure 1 représente les courbes comparatives établies à partir des résultats d'essais de fluage à 300 heures avec

allongement de 1% pour un superalliage conforme à l'invention et des superalliages connus antérieurs, selon un diagramme où sont reportées en ordonnées les contraintes en MPa et en abscisses les températures en degrés C ;

5

- la figure 2 représente les courbes comparatives établies à partir des résultats d'essais de fluage à la rupture pour un superalliage conforme à l'invention et des superalliages connus antérieurs, selon un diagramme où sont reportées en ordonnées les contraintes en MPa et en abscisses les températures en degrés C.

10

#### SPECIFICATIONS en Cr, Mo, W, Re, Ru

15 Le chrome présent dans la phase gamma du superalliage joue un rôle essentiel pour sa résistance aux effets de l'environnement à haute température. La teneur pondérale optimisée du chrome se situe entre 4,5 et 6%.

20 Les éléments Mo, W, Re et Ru permettent de durcir l'alliage, c'est à dire d'améliorer la résistance au fluage à toutes températures. Les teneurs sont cependant limitées par l'optimisation du rapport de contrainte admissible sur densité qui conduit à limiter la densité à 8,7. Une autre limitation est fournie par la recherche des conditions de stabilité métallurgique et microstructurale du superalliage. Une fourchette de la somme des teneurs en pourcentages atomiques Mo+W+Re+Ru a été déterminée comprise entre 4,2 % et 4,8%. Dans ce domaine, la teneur massique en molybdène

25 retenue est comprise entre 1% et 3%, en tungstène entre 4,5 et 7,5%, en ruthénium entre 0 et 3%. L'influence du rhénium est déterminante, comme le montrent les résultats d'essais décrits ci-après, sur l'amélioration de la résistance mécanique du superalliage au-delà de 900°C et

30 particulièrement de 950°C à 1050°C en tenue au fluage. La teneur massique en rhénium retenue est comprise entre 2% et 3,5%.

35

## SPECIFICATIONS en Al, Ti, Ta, Nb, Hf.

5 La fraction volumique de phase gamma-prime dans un  
superaliage est un paramètre important pour l'obtention des  
propriétés visées par l'invention. La présence de cette phase  
précipitée est fonction de la teneur en éléments gamme-prime-  
gènes Al, Ti, Ta, Nb. La fourchette de la somme des teneurs  
10 en pourcentages atomiques Al+Ti+Ta+Nb a été déterminée  
comprise entre 15% et 16%. Dans ce domaine, la teneur  
massique en aluminium retenue est comprise entre 5% et 5,6%,  
en titane entre 0,5% et 2%, en tantale entre 3,5 et 7% et en  
niobium entre 0 et 2%.

15

## AUTRES SPECIFICATIONS

Le cobalt peut avoir une influence favorable pour la  
20 résistance en fluage mais sa teneur a cependant été limitée  
pour éviter une influence défavorable par rapport à celle du  
nickel sur la stabilité microstructurale du superalliage. La  
teneur retenue en pourcentage massique se situe entre 0 et  
10%.

25

D'autres éléments peuvent être présents dans le superalliage  
mais des limites maximales de teneurs massiques ont été  
fixées à 0,22 pour Hf, 0,2 pour Si, 0,05% pour Y et 10ppm  
pour S.

30

Le tableau I ci-après donne les compositions en pourcentages  
pondéraux des superalliages connus antérieurs A, B, C, D, F  
et des superalliages conformes à l'invention AE3 et AE3b.

35

|    | A    | B    | C   | D    | F    | AE3  | AE3b |
|----|------|------|-----|------|------|------|------|
| Ni | 64   | 65   | 62  | 57   | 68   | 63   | 67   |
| Cr | 7,5  | 8    | 6   | 4,7  | 2,3  | 5,6  | 5,5  |
| Co | 6,5  | 5    | 9   | 12,5 | 3,2  | 8,08 | 4    |
| Mo | 2    | 2    | 0,6 | 1,4  | 0,4  | 2,2  | 2,2  |
| Ta | 8    | 6    | 7   | 7,21 | 8,3  | 3,9  | 4    |
| W  | 5,5  | 8    | 6   | 5,98 | 5,5  | 7,3  | 7    |
| Ti | 1,2  | 1,5  | 1   | 0    | 0,31 | 1,1  | 1    |
| Al | 5,3  | 5    | 5,6 | 5,75 | 5,73 | 5,55 | 5,4  |
| Hf | 0,1  |      | 0,1 | 0,15 | 0,03 |      |      |
| Re |      |      | 3   | 5,39 | 6,3  | 2,49 | 3    |
| Nb |      |      |     | 0    | 0,1  | 1    | 1    |
| Ru |      |      |     | 0    | 0    | 0    | 0    |
| d  | 8,59 | 8,63 | 8,7 | 8,91 | 9,1  | 8,68 | 8,70 |

5

TABLEAU I

Les superalliages A et B sont conformes à EP-A-0 149 942.

- 10 Le superalliage C est connu sous la désignation commerciale CMSX4 et est conforme à EP-A-0 155 827.

Le superalliage D est connu sous la désignation commerciale R'N6 et est conforme à US 5.455.120.

15

Le superalliage F est connu sous la désignation commerciale CMSX10 et est conforme à WO 94/00611.

- 20 Le tableau II ci-après récapitule les résultats obtenus lors des essais de fluage aux températures de 760°C, 950°C, 1050°C, 1100°C et 1150°C en donnant les contraintes appliquées en MPa et les temps en heures obtenus



respectivement pour un allongement de 1% et à rupture, pour le superalliage connu A et pour le superalliage AE3 conforme à l'invention :

| Température<br>degrés C | Contrainte<br>MPa | Temps-heures<br>1% allongement |     | Temps-heure<br>rupture |     |
|-------------------------|-------------------|--------------------------------|-----|------------------------|-----|
|                         |                   | A                              | AE3 | A                      | AE3 |
| 760                     | 840               | 12                             | 1,2 | 200                    | 230 |
| 950                     | 300               | 40                             | 110 | 160                    | 250 |
| 1050                    | 150               | 200                            | 320 | 260                    | 340 |
| 1100                    | 130               | 20                             | 200 | 70                     | 210 |
| 1150                    | 100               |                                | 42  | 27                     | 46  |
|                         |                   |                                |     |                        |     |

TABLEAU II

Les courbes A, B, C et AE3 de la figure 1 montrent en outre les résultats obtenus en essais au fluage à 300 heures avec allongement de 1% respectivement pour les superalliages connus A, B et C et pour le superalliage AE3 conforme à l'invention et dont les compositions sont indiquées sur le tableau I.

15

De manière analogue, les courbes A, C, D, F et AE3 de la figure 2 montrent les résultats obtenus en essais de fluage à rupture à 300 heures pour les superalliages connus A, C, D, et F et pour le superalliage AE3 conforme à l'invention et dont les compositions sont indiquées sur le tableau I.

En fluage avec allongement de 1%, on relève sur la figure 1 par exemple, un gain de 25 à 50°C, pour une utilisation au-delà de 900°C montrant l'amélioration de la résistance mécanique d'un superalliage AE3 conforme à l'invention, par rapport à un superalliage connu A couramment utilisé pour la fabrication d'aubes de turbine destinées à des turboréacteurs

à hautes performances. Cette amélioration est tout à fait remarquable car les performances obtenues dans une plage de températures situées entre 950°C et 1100°C qui correspondent à des conditions d'utilisation importantes pour les applications aéronautiques sont supérieures aux performances du superalliage C rappelé ci-dessus et qui comporte 3 % de rhénium.

## REVENDICATIONS

1. Superalliage monocristallin à matrice à base de nickel  
 5 présentant une haute résistance au fluage et une bonne  
 stabilité microstructurale, de densité ne dépassant pas 8,7  
 caractérisé en ce que la composition chimique en pourcentages  
 pondéraux appartient au domaine suivant :

|    |                        |           |
|----|------------------------|-----------|
| 10 | Cr                     | 4,5 à 6   |
|    | Co                     | 0 à 10    |
|    | Mo                     | 1 à 3     |
|    | W                      | 4,5 à 7,5 |
|    | Ta                     | 3,5 à 7   |
| 15 | Ti                     | 0,5 à 2   |
|    | Nb                     | 0 à 2     |
|    | Al                     | 5 à 5,6   |
|    | Ru                     | 0 à 3     |
|    | Hf                     | 0 à 0,2   |
| 20 | Si                     | 0 à 0,2   |
|    | Re                     | 2 à 3,5   |
|    | Y                      | 0 à 0,05  |
|    | S                      | 0 à 10ppm |
|    | et Ni complément à 100 |           |

25

que la somme des pourcentages atomiques Al+Ti+Ta+Nb est  
 comprise entre 15 et 16% et la somme des pourcentages  
 atomiques Mo+W+Re+Ru est comprise entre 4,2 et 4,8%.

- 30 2. Superalliage selon la revendication 1 présentant la  
 composition suivante, en pourcentages pondéraux :

Cr 5,5; Co 4 ; Mo 2,2 ; W 7 ; Ta 4 ; Ti 1 ; Nb 1 ; Al 5,4 ; Re  
 2,7

35

Hf inférieur à 0,1 ; Si inférieur à 0,1 ; Y inférieur à  
 0,03 ; S inférieur à 1 ppm et Ni complément à 100, dans

laquelle la somme des pourcentages atomiques Al+Ti+Ta+Nb vaut 15,45% et la somme des pourcentages atomiques Mo+W+Re+Ru vaut 4,60%/

- 5 3. Superaliage selon la revendication 1 présentant la composition suivante, en pourcentages pondéraux :

Cr 5,5 ; Co 8 ; Mo 2,2 ; W 7 ; Ta 4 ; Ti 1 ; Nb 1 ; Al 5,4 ;  
Re 2,7 ; Hf inférieur à 0,1 ; Si inférieur à 0,1 ; Y  
10 inférieur à 0,03 ; S inférieur à 1 ppm et Ni complément à 100, dans laquelle la somme des pourcentages atomiques Al + Ti + Ta + Nb vaut 15,45 % et la somme des pourcentages atomiques Mo + W + Re + Ru vaut 4,60 %.

1/2

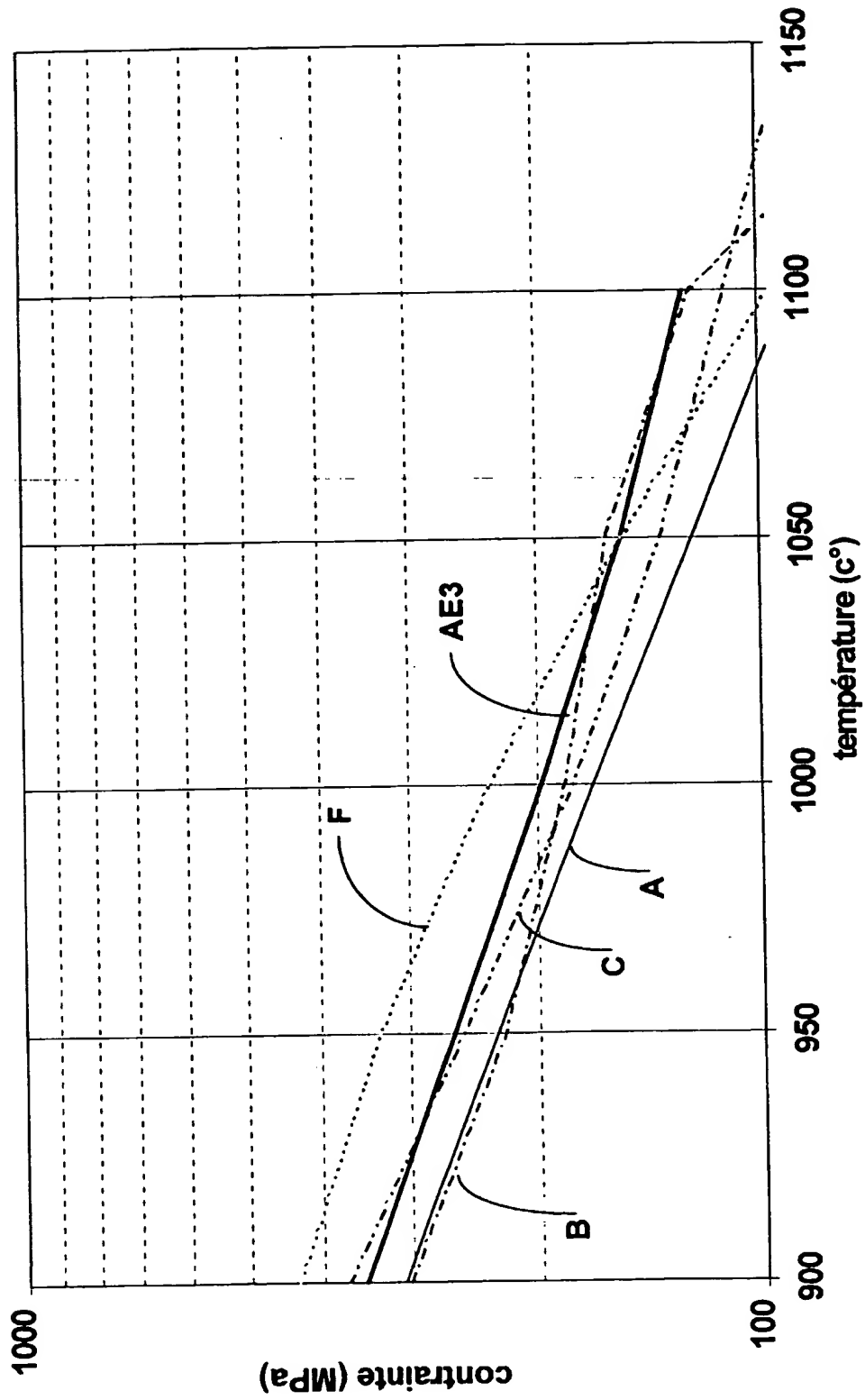


Fig.:1

2/2

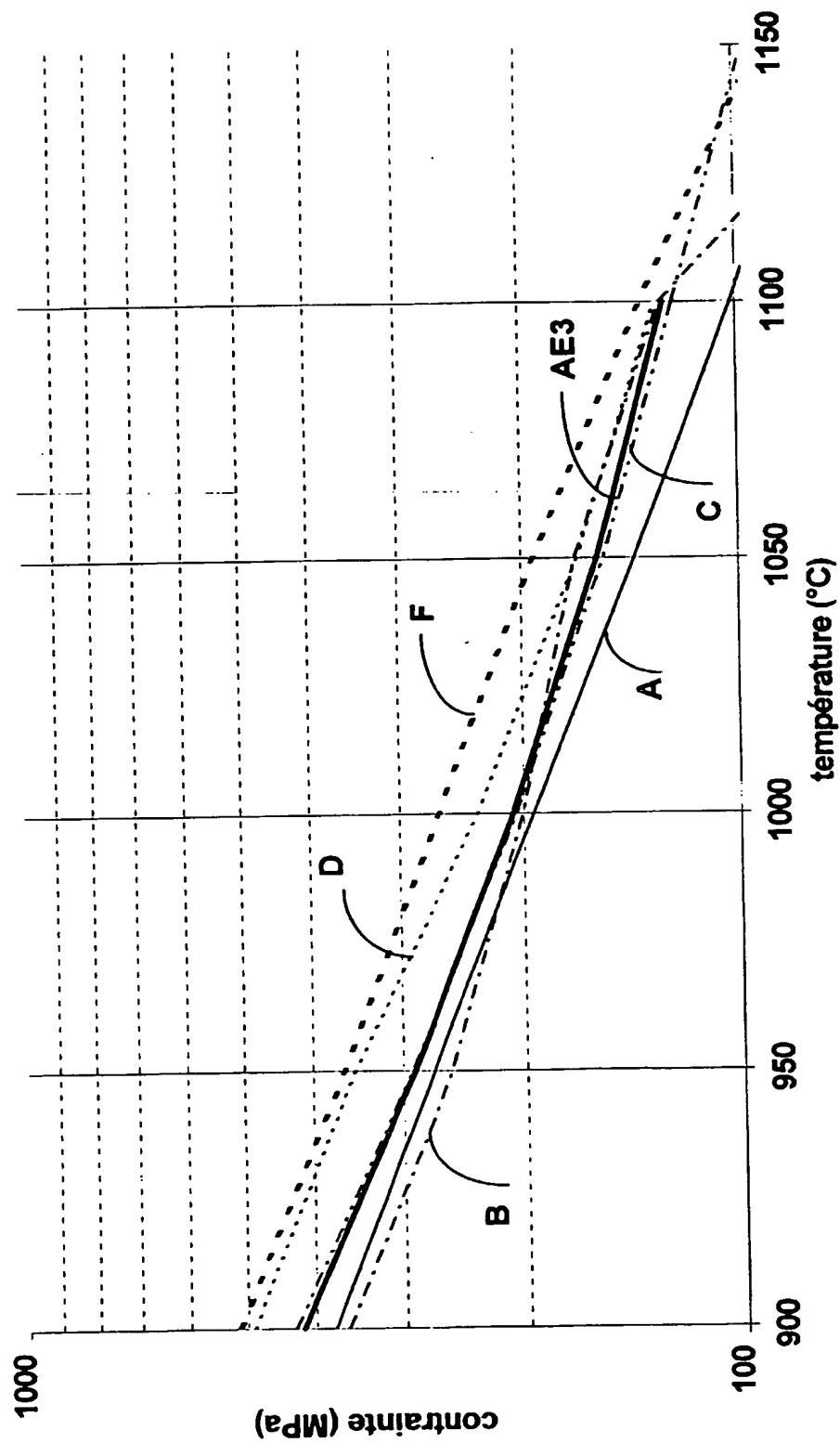


Fig.: 2

REPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL  
de la  
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE  
PRELIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement  
national

FA 563497  
FR 9808799

| DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS   |  | Revendications<br>concernées<br>de la demande<br>examinée |
|---|--|---|
| Catégorie   | Citation du document avec indication, en cas de besoin,<br>des parties pertinentes   |   |
| X<br>A  | EP 0 150 917 A (GARRETT CORP) 7 août 1985<br>* tableau 1 *<br>* revendications 1-4 *   | 1<br>2,3  |
| X<br>A  | US 4 222 794 A (SCHWEIZER FREDERICK A ET<br>AL) 16 septembre 1980<br>* tableaux 1,2 *<br>* revendication 1 *<br>* colonne 4, ligne 40 - colonne 5, ligne<br>58 * | 1<br>2,3  |
| X<br>A  | EP 0 246 082 A (GARRETT CORP)<br>19 novembre 1987<br>* revendication 1 *<br>* tableau 1 *  | 1<br>2,3  |
| D,A   | EP 0 155 827 A (CANNON MUSKEGON CORP)<br>25 septembre 1985<br>* revendications 1,5,6 *   | 1-3   |
| D,A   | EP 0 208 645 A (UNITED TECHNOLOGIES CORP)<br>14 janvier 1987<br>* revendications 1,7 *   | 1-3   |
| D,A   | EP 0 149 942 A (ARMINES ;ONERA (OFF NAT<br>AEROSPATIALE) (FR); SNECMA (FR); IMPHY SA)<br>31 juillet 1985<br>* revendications 1-7 *                               | 1-3   |
|   |  | DOMAINES TECHNIQUES<br>RECHERCHES (Int.C.L.6)             |
|   |  | C22C<br>C30B  |
| Date d'achèvement de la recherche   |  | Examineur   |
| 23 décembre 1998  |  | Vlassi, E   |
| <p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul<br/>Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un<br/>autre document de la même catégorie<br/>A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication<br/>ou arrière-plan technologique général<br/>O : divulgation non-écrite<br/>P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention<br/>E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure<br/>à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date<br/>de dépôt ou qu'à une date postérieure.<br/>D : cité dans la demande<br/>L : cité pour d'autres raisons<br/>&amp; : membre de la même famille, document correspondant</p> |  |   |